



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 101 10 341.7

Anmeldetag: 03. März 2001

Anmelder/Inhaber: ROBERT BOSCH GMBH, Stuttgart/DE

Bezeichnung: Metallpulver-Verbundwerkstoff und Ausgangsmaterial
und Verfahren für die Herstellung eines solchen

IPC: B 22 F, H 01 F

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 29. Januar 2002
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Wehner

Exp-Mail No. EV 003625535 US

26.02.2001

Robert Bosch GmbH, 70442 Stuttgart

Metallpulver-Verbundwerkstoff und Ausgangsmaterial und Verfahren
für die Herstellung eines solchen

Stand der Technik

Die Erfindung betrifft einen Metallpulver-Verbundwerkstoff mit hohem spezifischem elektrischem Widerstand und ein Ausgangsmaterial und ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Verbundwerkstoffs.

Metallpulver-Verbundwerkstoffe mit hohem spezifischem elektrischem Widerstand finden technische Anwendung beispielsweise als hochhohmige Stähle und als weichmagnetische Komponenten in schnellschaltenden Magnetventilen. Für die letztere Anwendung sind spezielle Metallpulver-Kunststoffverbunde entwickelt worden. Sie werden mit Techniken der Pulvermetallurgie durch Verpressen von Metallpulverteilchen erzeugt, welche mit elektrisch isolierendem Kunststoff beschichtet sind. Die verpreßten Metallpulverteilchen sind über den Kunststoff miteinander verklebt. Diese Metallpulver-Kunststoffverbunde haben im Vergleich zu Reineisen einen sehr hohen elektrischen Widerstand. Jedoch ist es so, daß sie gegenüber den klassischen Sinterwerkstoffen Abminderungen bezüglich Festigkeit, Permeabilität, magnetischer Sättigung und Temperatur- und Kraftstoffbeständigkeit zeigen.

In der Pulvermetallurgie (PM) werden die Metallpulver vor dem Verpressen mit kleinen Anteilen an Trenn- bzw. Gleitmitteln versetzt. Dieser Zusatz bewirkt eine höhere Dichte der Formkörper, da er ein Aneinandergleiten der Metallpulverteilchen während der Verdichtung fördert, er verringert die Entformungskräfte, und er erhöht die Lebensdauer des Preßwerkzeugs durch Schmierung von Preßstempel und Gesenk.

Die Trenn- bzw. Gleitmittel werden üblicherweise in Mengen zwischen 0,1 und 1,5 Gew.-% den Metallpulvern zugesetzt. Neben dem reinen Mischen von feinpulverisierten Trennmitteln mit den Metallpulvern ist es auch möglich, die Metallpulverteilchen mit Trennmitteln zu überziehen. Dies kann mit einer Lösung der Trennmittel in einem geeigneten Lösungsmittel erfolgen, wie es beispielsweise in der EP 0 673 284 B1 beschrieben ist, oder indem die Metallpartikel mit der Schmelze der Trennmittel benetzt werden. An die Formgebung durch axiales Pressen schließt sich üblicherweise eine Wärmebehandlung an. Dabei pyrolysieren die zugesetzten Verarbeitungsmittel bei Temperaturen zwischen 150 und 500°C weit unterhalb der Sintertemperatur der Metallpulver (Sintertemperatur von Eisen 1120°C bis 1280°C).

Während Trennmittel auf rein organischer Basis, wie Wachse und Fettsäuren, unter Schutzgas weitgehend rückstandsfrei pyrolysieren, hinterlassen beispielsweise Metallseifen im Pulververband Metalloxide. Diese, wie beispielsweise ZnO, schwächen das Gefüge, sofern sie sich nicht, wie beispielsweise Eisen-, Cobalt-, Nickel-, Kupfer-, Molybdän- oder Manganoxide beim anschließenden Sinterprozess in reduzierender Atmosphäre zu den Metallen reduzieren lassen. So beschreibt die EP 0 673 284 B1 wie durch Kombination verschiedenen Metallseifen als Trennmittel durch Reduktion der bei der Pyrolyse erzeugten Oxide in einer Wasserstoffatmosphäre und durch Sintern gezielt metallische Legierungen untereinander oder mit den verpreßten Metallpulvern erzeugt werden.

Auf diese Weise lassen sich auch weichmagnetische Verbundwerkstoffe für Magnetventile herstellen. Jedoch müßten die gesinterten, axial verpreßten weichmagnetischen Metallpulver einen wesentlich (etwa um den Faktor 100) höheren elektrischen Widerstand aufweisen, um eine gute Schaltdynamik zu erzielen.

Die Erfindung und ihre Vorteile

Es ist die Aufgabe der Erfindung, einen Metallpulver-Verbundwerkstoff mit hohem spezifischem elektrischem Widerstand mit guter

mechanischer Festigkeit, sehr guter Temperatur- und Kraftstoffbeständigkeit und ein Ausgangsmaterial und ein Verfahren für die rationelle Herstellung eines solchen Verbundwerkstoffs anzugeben.

Diese Aufgabe wird mit einem Metallpulver-Verbundwerkstoff der eingangs genannten Art mit den Merkmalen des kennzeichnenden Teils des Anspruchs 1, mit einem Ausgangsmaterial der eingangs genannten Art mit den Merkmalen des kennzeichnenden Teils des Anspruchs 9 und mit einem Verfahren der eingangs genannten Art mit den Merkmalen des kennzeichnenden Teils des Anspruchs 20 gelöst.

Während Oxide in hauptsächlich aus Metallpulver bestehenden Verbundwerkstoffen zum Teil die Eigenschaften, wie mechanische und gegebenenfalls magnetische Eigenschaften, negativ beeinflussen, haben die Erfinder festgestellt, daß mehrere Oxide, welche mindestens eine gemeinsame Phase bilden, den Verbundwerkstoffen eine sehr gute mechanische, thermische und chemische Beständigkeit vermitteln.

Das erfindungsgemäße Ausgangsmaterial für die Herstellung eines Metallpulver-Verbundwerkstoffs mit hohem spezifischem elektrischem Widerstand läßt sich problemlos so zusammensetzen, daß der daraus hergestellte Verbundwerkstoff neben dem hohen Widerstand auch eine zufriedenstellende Preßdichte aufweist. Sofern die für einen hohen Widerstand im Verbundwerkstoff erforderliche Trennmittelmenge zu groß ist, um gleichzeitig eine optimale Preßdichte zu erhalten, kann in solchen Fällen dem mindestens einen Trennmittel oxidisches Feinpulver zugesetzt werden, das bei der Weiterverarbeitung mit dem aus dem mindestens einen Trennmittel entstandenen Pyrolyseprodukt mindestens eine gemeinsame Phase zu bilden vermag. Dabei muß man keine Verschlechterung der Eigenschaften des Verbundwerkstoffs in Kauf nehmen.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist deshalb besonders vorteilhaft, weil sich die durch Pyrolyse der in der Pulvermetallurgie eingesetzten Trennmittel entstehenden Oxide zur Erzeugung der gemeinsamen Phase einsetzen lassen.

In vorteilhafter Weise lassen sich die erfindungsgemäßen hochhohen Verbundwerkstoffe in der Ausgestaltung als weichmagnetische Verbundwerkstoffe auch aufgrund ihrer hohen magnetischen Sättigung und hohen Permeabilität insbesondere für Magnetventile mit guter Schaltdynamik einsetzen. Dabei ist es besonders günstig, wenn das Metallpulver im wesentlichen aus Eisenwerkstoffen, beispielsweise solchen aus Eisen, Eisensilicium, Eisencobalt und Eisennickel oder Mischungen der genannten Materialien besteht, wobei Eisen besonders bevorzugt ist. "im wesentlichen aus ... besteht" bedeutet in diesem Zusammenhang, daß weitere Stoffe nur in solchen Mengen vorhanden sein können, daß sich die weichmagnetischen Eigenschaften nicht beachtlich verschlechtern.

Es ist vorteilhaft, wenn als die mindestens eine gemeinsame Phase ein Glas, wie silikatisches oder borhaltiges Glas, oder eine definierte Verbindung aus der Gruppe der Mischoxide mit Spinellstruktur, der Metallphosphate und der Metallsilikate dient.

Es ist günstig, wenn als Trennmittel mindestens eine Metallseife und/oder mindestens ein Material aus der Gruppe Mono-, Di- oder Triester der Phosphorsäure, der Borsäure und der Kieselsäure mit langkettigen Alkoholen und/oder Polydimethyldisiloxan in dem Ausgangsmaterial enthalten ist (sind).

Bei der Kombination eines Trennmittels mit oxidischem Feinpulver in dem erfindungsgemäßen Ausgangsmaterial wird als Feinpulver bevorzugt mindestens ein Metalloxid und/oder Kieselsäure eingesetzt.

Um eine hohe Reaktionsfähigkeit der Feinpulver mit den Pyrolyserückständen der Trennmittel zu gewährleisten, ist es besonders vorteilhaft, wenn der Teilchendurchmesser (Primärkorndurchmesser) des Feinpulvers \leq etwa 100 nm ist.

Eine zufriedenstellende Preßdichte im Formkörper kombiniert mit einem ausreichend hohen elektrischen Widerstand im Metallpulver-Verbundmaterial läßt sich in vorteilhafter Weise erreichen, wenn

bezogen auf das Gewicht des Metallpulvers der Anteil der Trennmittel zwischen etwa 0,1 und etwa 1,5 Gew.-% oder die Summe aus den Anteilen an Trennmittel und Feinpulver zwischen etwa 0,2 und etwa 3 Gew.-% liegt.

Es ist vorteilhaft, wenn das Verhältnis der zugefügten Mengen an Trennmittel bzw. an Trennmittel und Feinpulver, gegebenenfalls unter Berücksichtigung der Mengen an mitreagierendem Metall von den Metallpulveroberflächen, im Hinblick auf die mindestens eine bei der Reaktion der Oxide zu bildende definierte Verbindung angenähert stöchiometrisch ist.

Es ist vorteilhaft, wenn beim Pyrolysieren und Reagieren auf eine Temperatur deutlich unterhalb der Sintertemperatur des Metallpulvers und besonders bevorzugt - sofern das Metall Eisen ist - auf eine Temperatur zwischen etwa 150 und etwa 550°C erhitzt wird. Bei Temperaturen oberhalb etwa 550°C können Strompfade zwischen den Metallteilchen entstehen, und bei Temperaturen unter etwa 150°C ist die Pyrolyse unvollständig und dauert für ein industrielles Verfahren zu lange.

Es ist vorteilhaft, wenn in einer nicht reduzierenden Atmosphäre erhitzt wird, und besonders vorteilhaft, wenn dabei die Atmosphäre auf den Pyrolyseprozess abgestimmt wird.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Metallpulver-Verbundmaterials, des erfindungsgemäßen Ausgangsmaterials und des erfindungsgemäßen Verfahrens sind in den Unteransprüchen aufgeführt.

Im folgenden wird die Erfindung anhand von weichmagnetischen Verbundwerkstoffen und von Ausgangsmaterialien und von Verfahren zu ihrer Herstellung detailliert beschrieben. Es sei aber klargestellt, daß sich zwar die Erfindung anhand dieser Beispiele besonders anschaulich erläutern läßt, daß aber die Erfindung nicht auf diese Beispiele beschränkt ist, und von ihnen im Rahmen der Ansprüche mannigfaltige Abweichungen möglich sind.

Die weichmagnetischen Verbundwerkstoffe mit hohem spezifischem elektrischen Widerstand bestehen aus verpreßten Metallpulverteilchen, die mit einem Überzug hauptsächlich aus definierten chemischen Verbindungen versehen sind, welche an den blanken oder oberflächenmodifizierten, beispielsweise phosphatierten Metallteilchen gut haften und je nach Anwendungsfall zusätzlich einen hohen elektrischen Widerstand, Temperatur- und Kraftstoffbeständigkeit vermitteln und/oder das Metall vor Korrosion schützen. Der Überzug verhindert eine elektrische Verbindung zwischen den Metallteilchen. Die definierten chemischen Verbindungen werden von Mischoxiden mit Spinellstruktur, wie Mischoxide aus der Gruppe Al_2MgO_4 (Spinell), Al_2ZnO_4 (Zinkspinell), Al_2MnO_4 (Manganspinell), Al_2FeO_4 (Eisenspinell), Fe_2MgO_4 (Magnoferrit), Fe_3O_4 (Magnetit), Fe_2ZnO_4 (Franklinit), Fe_2MnO_4 (Jakobsit), Fe_2NiO_4 (Trevirit), Cr_2FeO_4 (Chromit) und Cr_2MgO_4 (Magnochromit), Metallphosphaten, wie Zink- und Eisenphosphat, silikatischen Gläsern, borhaltigen Gläsern und Metallsilikaten, wie CoSiO_3 , gebildet.

Die erfindungsgemäßen weichmagnetischen Verbundwerkstoffe enthalten also keine Thermo- oder Duroplaste als Isolations- und Bindemittel wie die Metall-Kunststoffverbunde. Trotzdem haben sie im Vergleich zu diesen auch einen hohen spezifischen elektrischen Widerstand, eine vergleichbare oder bessere mechanische Festigkeit, eine bessere Temperatur- und Kraftstoffbeständigkeit, eine vergleichbare magnetische Sättigung und eine vergleichbare Permeabilität.

Die erfindungsgemäßen weichmagnetischen Verbundwerkstoffe sind deshalb geeignet für den Einsatz in schnell schaltenden Magnetventilen insbesondere von solchen, die in der Kraftfahrzeugtechnik eingesetzt werden.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen weichmagnetischen Verbundwerkstoffe werden Metallpulver mit Kombinationen aus neuen oder bekannten Trenn- bzw. Gleitmitteln gemischt oder mit diesen Kombinationen beschichtet (s.o.). Wie erläutert werden die Trennmittel bei der Erfindung auch gebraucht, um einen Verbundwerkstoff mit

einem hohen elektrischen Widerstand zu erzeugen. Es ist aber so, daß ein zu hoher Trennmittelanteil die Preßdichte im Formkörper wieder vermindert. Hinsichtlich der Preßdichte liegt der optimale Trennmittelanteil bezogen auf die Metallpulvermenge bei < etwa 1 Gew.-%. Trennmittelanteile von > etwa 2 Gew.-% sind deshalb im allgemeinen nicht brauchbar. In den Fällen, in denen der optimale Trennmittelanteil nicht ausreicht, um den gewünschten hohen elektrischen Widerstand zu erzeugen, ist es deshalb günstiger, in den Trennmitteln oxidische Feinpulver (Primärkorndurchmesser bevorzugt \leq etwa 100 nm) zu dispergieren, die mit den Pyrolyserückständen (s.u.) der Trennmittel reagieren, statt den Trennmittelanteil wesentlich über das Optimum hinsichtlich der Preßdichte zu erhöhen. Das Mengenverhältnis der Trennmittel bzw. der Trennmittel und Feinpulver richtet sich nach der Zusammensetzung der durch die Reaktion der Pyrolyseprodukte und gegebenenfalls der Feinpulver angestrebten gemeinsamen Phase. Handelt es sich dabei um Mischoxide mit Spinellstruktur, um Metallphosphate oder Metallsilikate, sollten die Trennmittel- bzw. die Trennmittel-/Feinpulverkombinationen so zusammengesetzt sein, daß eine stöchiometrische Umwandlung in die genannten Verbindungen stattfindet. Dabei ist zu berücksichtigen, daß ein Teil der Bestandteile der definierten Verbindungen auch aus der Oberfläche der Metallpulver stammen kann. Im Einzelfall muß die richtige Zusammensetzung der Trennmittel- bzw. Trennmittel-/Feinpulverkombination durch einfache Versuche festgelegt werden. Entstehen bei der Reaktion statt definierter Verbindungen eine gemeinsame Phase in Form von Gläsern, so können bei der Zusammensetzung der Trennmittel- bzw. Trennmittel-/Feinpulverkombinationen größere Toleranzen zugelassen werden.

Beispiele für die genannten Trennmittel sind Metallseifen, wie die Stearate von Calcium, Magnesium, Aluminium, Zink, Cobalt, Eisen, Nickel, Kupfer, Molybdän und Mangan, oder Ester höherer Alkohole der Phosphor-, der Bor- oder der Kieselsäure. Beispiele der genannten Feinpulver sind Oxide, wie Fe_2O_3 und Kieselsäure.

Das Gemisch aus Metallpulver, Trennmittel und gegebenenfalls

Feinpulver wird zu Formkörpern axial verpreßt. Anschließend werden die Formkörper in einer nicht reduzierenden Atmosphäre, beispielsweise in einer Stickstoff- oder Argonatmosphäre, auf eine Temperatur erhitzt, die deutlich unterhalb der Sintertemperatur des Metallpulvers, d.h. bevorzugt unter etwa 800°C und besonders bevorzugt zwischen etwa 150 und etwa 550°C, liegt, damit die Trennmittel pyrolysieren. Unterhalb etwa 150°C wird allenfalls unvollständig pyrolysiert und die Reaktionen verlaufen sehr langsam. Bei Temperaturen unterhalb 550°C ist ausgeschlossen, daß die Metallteilchen zusammensintern und sich dabei elektrische Strompfade bilden können. Die Pyrolyserückstände reagieren bei den angewandten Temperaturen entweder miteinander und/oder mit den zugesetzten Feinpulvern und gegebenenfalls mit der Oberfläche der Metallteilchen zu den genannten, definierten chemischen Verbindungen.

Die Erfindung soll im folgenden durch sechs spezielle Ausführungsbeispiele noch mehr im Detail besprochen werden.

Beispiel 1

Ein Gemisch aus Eisenpulver und Zinkstearat und einem Mono-, Di- oder Triester der Phosphorsäure mit langkettigen Alkoholen, wie beispielsweise einem Gemisch von Phosphorsäuremonostearylester und Phosphorsäuredistearylester mit einem Schmelzpunkt von 70°C, als Trennmittel wurde zu einem Formkörper gepreßt, wobei der Anteil der Trennmittel bezogen auf das Gewicht des Eisenpulvers etwa 1,7 Gew.-% betrug und das Atomverhältnis Zn:P bei etwa 3:2 lag. Der Formkörper wurde in einer nicht reduzierenden Atmosphäre, beispielsweise in Stickstoff, auf eine Temperatur von maximal etwa 550°C erhitzt, wobei die Trennmittel zu ZnO bzw. P_2O_5 pyrolysierten und die entstandenen Oxide mit einander zu Zinkphosphat reagierten. Zinkphosphat hat - wie festgestellt wurde - einen hohen spezifischen elektrischen Widerstand, haftet gut an Metallen und schützt speziell Eisen vor Korrosion. Der erhaltene Verbundwerkstoff eignete sich als weichmagnetisches Material für schnellschaltende elektrische Ventile.

Beispiel 2

Ein Gemisch aus Eisenpulver und Cobaltstearat und mit reaktiven Gruppen modifiziertem Polydimethylsiloxan als Trennmittel wurde zu einem Formkörper gepreßt, wobei der Anteil der Trennmittel bezogen auf das Gewicht des Eisenpulvers etwa 1,6 Gew.-% betrug und das Atomverhältnis Co:Si bei etwa 1 lag. Der Formkörper wurde, wie im Beispiel 1 beschrieben, weiterbehandelt. Die aus den Trennmitteln entstandenen Pyrolyseprodukte CoO und SiO_2 reagierten dabei zu CoSiO_3 . Das Cobaltsilikat hatte auf dem Eisenpulver eine gute Haftung, war elektrisch gut isolierend und schützte Eisen gut vor Korrosion.

Beispiel 3

Ein Gemisch aus Eisenpulver, Cobaltstearat als Trennmittel, welchem eine stöchiometrische Menge an pyrogener Kieselsäure (Primärkorndurchmesser < etwa 100 nm) zugesetzt worden war, wurde zu einem Formkörper gepreßt, wobei der Anteil des Trennmittels bezogen auf das Gewicht des Eisenpulvers bei etwa 1,3 Gew.-% lag. Der Formkörper wurde, wie im Beispiel 1 beschrieben, weiterbehandelt. Das aus dem Trennmittel entstandene Pyrolyseprodukt CoO reagierte dabei mit dem SiO_2 der Kieselsäure zu CoSiO_3 .

Beispiel 4

Ein Gemisch aus Eisenpulver und als Trennmittel Zinkstearat und Eisenstearat wurde zu einem Formkörper gepreßt, wobei der Anteil der Trennmittel bezogen auf das Gewicht des Eisenpulvers etwa 1,4 Gew.-% betrug und das Atomverhältnis Zn:Fe bei etwa 1:2 lag. Der Formkörper wurde, wie im Beispiel 1 beschrieben, weiterbehandelt. Die aus den Trennmitteln entstehenden Pyrolyseprodukte ZnO und Fe_2O_3 reagierten dabei miteinander zu dem Spinell Fe_2ZnO_4 (Franklinit). Spinelle haben - wie festgestellt wurde - eine gute Haftung auf Eisenpulver, sie sind elektrisch gut isolierend und sie schützen Eisen ausgezeichnet gegen Korrosion.

Beispiel 5

Ein Gemisch aus Eisenpulver und Zinkstearat als Trennmittel, welchem eine stöchiometrische Menge von feinem Fe_2O_3 zugemischt worden war, das beispielsweise von der BASF AG als Pigment mit 100 nm Korngröße erhältlich ist, wurde zu einem Formkörper gepreßt, wobei der Anteil des Trennmittels bezogen auf das Gewicht des Eisenpulvers etwa 1 Gew.-% betrug. Der Formkörper wurde, wie im Beispiel 1 beschrieben, weiterbehandelt. Das aus dem Trennmittel entstandene Pyrolyseprodukt ZnO reagierte mit dem Fe_2O_3 zu dem Spinell Fe_2ZnO_4 .

Beispiel 6

Ein Gemisch, das Eisenpulver und als Trennmittel Nickelstearat und Eisenstearat enthielt, wurde zu einem Formkörper gepreßt, wobei der Anteil der Trennmittel bezogen auf das Gewicht des Eisenpulvers etwa 1,5 Gew.-% betrug und das Atomverhältnis $\text{Ni}:\text{Fe}$ bei etwa 1:2 liegt. Der Formkörper wurde, wie im Beispiel 1 beschrieben, weiterbehandelt. Die aus den Trennmitteln entstandenen Pyrolyseprodukte NiO und Fe_2O_3 reagierten miteinander zu dem Spinell Fe_2NiO_4 .

26.02.2001

Robert Bosch GmbH, 70442 Stuttgart

Ansprüche

1. Metallpulver-Verbundwerkstoff mit hohem spezifischem elektrischem Widerstand, dadurch gekennzeichnet, daß er mindestens zwei die Metallpulverteilchen einhüllenden Oxide enthält, wobei die Oxide mindestens eine gemeinsame Phase bilden.
2. Verbundwerkstoff nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er weichmagnetisch ist.
3. Verbundwerkstoff nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallpulver im wesentlichen aus Eisenwerkstoffen besteht.
4. Verbundwerkstoff nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallpulver im wesentlichen aus Eisen besteht.
5. Verbundwerkstoff nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als die mindestens eine gemeinsame Phase ein Glas, wie silikatisches oder borhaltiges Glas, oder eine definierte Verbindung aus der Gruppe der Mischoxide mit Spinellstruktur, der Metallphosphate und der Metallsilikate dient.
6. Verbundwerkstoff nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischoxide ausgewählt sind aus der Gruppe Al_2MgO_4 (Spinell), Al_2ZnO_4 (Zinkspinell), Al_2MnO_4 (Manganspinell), Al_2FeO_4 (Eisenspinell), Fe_2MgO_4 (Magnoferrit), Fe_3O_4 (Magnetit), Fe_2ZnO_4 (Franklinit), Fe_2MnO_4 (Jakobsit), Fe_2NiO_4 (Trevirit), Cr_2FeO_4 (Chromit) und Cr_2MgO_4 (Magnochromit).
7. Verbundwerkstoff nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß Zink- und Eisenphosphat als Metallphosphate eingesetzt sind.

8. Verbundwerkstoff nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß CoSiO_3 als Metallsilikat eingesetzt ist.

9. Metallpulver enthaltendes Ausgangsmaterial für die Herstellung eines Metallpulver-Verbundwerkstoffs mit hohem spezifischem elektrischem Widerstand insbesondere nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei Trennmittel mit oxidischem Pyrolyserückstand oder mindestens ein Trennmittel mit oxidischem Pyrolyserückstand und oxidisches Feinpulver beinhaltet.

10. Ausgangsmaterial nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß als Trennmittel mindestens eine Metallseife und/oder mindestens ein Material aus der Gruppe Mono-, Di- oder Triester der Phosphorsäure, der Borsäure oder der Kieselsäure mit langkettigen Alkoholen und/oder - gegebenenfalls - mit reaktiven Gruppen modifiziertes Polydimethyldisiloxan enthalten ist (sind).

11. Ausgangsmaterial nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die mindestens eine Metallseife ein Stearat ist.

12. Ausgangsmaterial nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallion in der Metallseife ausgewählt ist aus der Gruppe Ca-, Mg-, Al-, Zn-, Co-, Fe-, Ni-, Cu-, Mo- und Mn-Ion.

13. Ausgangsmaterial nach einem der Ansprüche 9 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Feinpulver aus mindestens einem Metalloxid und/oder Kieselsäure gebildet ist.

14. Ausgangsmaterial nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß das mindestens eine Metalloxid ausgewählt ist aus der Gruppe Fe_2O_3 , NiO , ZnO , CoO , MnO , MgO , Cr_2O_3 , CuO , MoO_2 .

15. Ausgangsmaterial nach einem der Ansprüche 9 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Teilchendurchmesser (Primärkorndurchmesser) des Feinpulvers $< \text{etwa } 1\mu\text{m}$ ist.

16. Ausgangsmaterial nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß

der Teichendurchmesser \leq etwa 100 nm ist.

17. Ausgangsmaterial nach einem der Ansprüche 9 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß bezogen auf das Gewicht des Metallpulvers der Anteil der Trennmittel zwischen etwa 0,1 und etwa 2 Gew.-%, oder die Summe aus den Anteilen an Trennmittel und Feinpulver zwischen etwa 0,2 und etwa 3 Gew.-% liegt.

18. Ausgangsmaterial nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Summe aus den Anteilen an Trennmittel und Feinpulver \leq etwa 2 Gew.-% ist.

19. Ausgangsmaterial nach Anspruch 17 oder 18, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Trennmittel bzw. die Summe aus den Anteilen an Trennmittel und Feinpulver zwischen etwa 0,5 und etwa 1,5 Gew.-% liegt.

20. Verfahren zum Herstellen eines Verbundwerkstoffs mit hohem spezifischem elektrischen Widerstand insbesondere nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß ausgegangen wird von einem Ausgangsmaterial insbesondere nach einem der Ansprüche 9 bis 19, daß das Ausgangsmaterial zu Formkörpern gepreßt wird, daß die Trennmittel durch Erhitzen in einer nicht reduzierenden Atmosphäre zu Oxiden pyrolysiert und die dann vorliegenden Oxide unter Bildung mindestens einer gemeinsamen Phase miteinander zur Reaktion gebracht werden.

21. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß als die mindestens eine gemeinsame Phase eine chemische Verbindung oder ein Glas erzeugt wird.

22. Verfahren nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis der zugefügten Mengen an Trennmittel bzw. an Trennmittel und Feinpulver, gegebenenfalls unter Berücksichtigung der Mengen an mitreagierendem Metall von den Metallpulveroberflächen, im Hinblick auf die mindestens eine bei der Reaktion der Oxide zu bildende definierte Verbindung angenähert stöchiometrisch ist.

23. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß der Formkörper auf eine Temperatur deutlich unterhalb der Sintertemperatur des Metallpulvers erhitzt wird.

24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallpulver hauptsächlich Eisenwerkstoffe enthält, und auf eine Temperatur deutlich < 1150°C erhitzt wird.

25. Verfahren nach Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, daß auf eine Temperatur < etwa 800°C erhitzt wird.

26. Verfahren nach Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, daß auf eine Temperatur zwischen etwa 150 und etwa 550°C erhitzt wird.

27. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 26, dadurch gekennzeichnet, daß in einer nicht reduzierenden Atmosphäre erhitzt wird.

28. Verfahren nach Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, daß in einer Stickstoff und/oder Argon enthaltenden Atmosphäre erhitzt wird.

26.02.2001

Robert Bosch GmbH, 70442 Stuttgart

Metallpulver-Verbundwerkstoff und Ausgangsmaterial und Verfahren
für die Herstellung eines solchen

Zusammenfassung

Um einen Metallpulver-Verbundwerkstoff mit hohem spezifischem elektrischem Widerstand mit guter mechanischer Festigkeit, sehr guter Temperatur- und Kraftstoffbeständigkeit und ein Ausgangsmaterial und ein Verfahren für die rationelle Herstellung eines solchen Verbundwerkstoffs anzugeben, wird ein Metallpulver-Verbundwerkstoff mit hohem spezifischem elektrischem Widerstand, welcher mindestens zwei die Metallpulverteilchen einhüllenden Oxide enthält, wobei die Oxide mindestens eine gemeinsame Phase bilden, und ein Metallpulver enthaltendes Ausgangsmaterial, welches mindestens zwei Trennmittel mit oxidischem Pyrolyserückstand oder mindestens ein Trennmittel mit oxidischem Pyrolyserückstand und oxidisches Feinpulver beinhaltet, und ein Verfahren für die Herstellung eines solchen Verbundwerkstoffs bereitgestellt, bei dem von einem Ausgangsmaterial der genannten Art ausgegangen wird, bei dem das Ausgangsmaterial zu Formkörpern gepreßt wird, bei dem die Trennmittel durch Erhitzen in einer nicht reduzierenden Atmosphäre zu Oxiden pyrolysiert und die dann vorliegenden Oxide unter Bildung mindestens einer gemeinsamen Phase miteinander zur Reaktion gebracht werden.